

Parc d'innovation - BP 50111 - F67403 illkirch cedex

France
tél 03 88 67 14 14
fax 03 88 67 11 68
email infos@bioblock.fr
www.bioblock.com

Belgique / België
tél 056 260 260
fax 056 260 270
email belgium@bioblock.com
www.be.fishersci.com

Mode d'emploi

Lyophilisateur
Alpha 1-4 et 2-4 LD



parc d'innovation - BP 111
F-67403 Illkirch cedex
www.bioblock.com

tél : 03 88 67 14 14
fax : 03 88 67 11 68
vente@bioblock.fr

MANUEL D'INSTRUCTIONS

Lyophilisateur

ALPHA 1-4 LD-2

(références 101041 / 101141 / 101241)

ALPHA 2-4 LD-2

(références 101042 / 101142 / 101242)



M A R T I N   C H R I S T

Gefriertrocknungsanlagen GmbH

Manuel d'instructions du
ALPHA 1-4 LD-2 et du ALPHA 2-4 LD-2

Numéro de commande :

Numéro de série :

Pour tout renseignement ou demande de réparation, veuillez mentionner les numéros ci-dessus.

SAV:

MARTIN CHRIST Gefriertrocknungsanlagen GmbH
An der unteren Söse 50, D-37520 Osterode
Tél. (05522) 5007-25, Fax (05522) 5007-12

Préface

Cher client,

Félicitations pour avoir choisi un lyophilisateur CHRIST.

Ce lyophilisateur est équipé d'options conviviales qui vous en faciliteront l'utilisation.

Le lyophilisateur ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2 nouvellement conçu est un lyophilisateur à usage universel de CHRIST pour les laboratoires, les départements R&D et les instituts scientifiques. La gamme d'accessoires éprouvés permet de configurer l'appareil en fonction de l'application désirée pour une utilisation de routine. Une gamme d'accessoires pratiques et universels est disponible pour pratiquement toutes les applications de lyophilisation dans des fioles à fond rond, des coupelles, des ampoules et des flacons d'injection.

Le système de contrôle convivial LD (Lyo-Display) représente un avantage particulier; ses fonctions sont expliquées sur le panneau de commande :

- affichage LCD indiquant les données les plus importantes du processus (température du condenseur, vide)
- conversion de la température et du vide en fonction de la courbe de tension de vapeur sur glace
- interface de communication RS-232 (PC) disponible en option.

La possibilité d'installer ultérieurement un capteur de vide (type TPR 265) mérite particulièrement d'être mentionnée. Il suffit de le brancher à l'arrière de l'appareil. Ce lyophilisateur offre une gamme de fonctions étendue pour une grande variété d'applications pratiques.

Nous vous remercions de votre confiance et vous souhaitons tout le succès possible dans vos applications de lyophilisation.

MARTIN CHRIST Gefriertrocknungsanlagen GmbH
An der unteren Söse 50, D-37520 Osterode
Tél. (05522) 5007-0, Fax (05522) 5007-12,
Internet: www.martinchrist.de, e-mail: info@martinchrist.de

Sommaire :

Page

1 Informations générales **7**

1.1 Introduction 7

1.2 Applications 7

1.3 Caractéristiques techniques du lyophilisateur **ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2** 8

1.4 Normes et réglementations 10

1.5 Règles de sécurité 10

1.6 programmes de lyophilisation interdits 11

2 Installation et mise en service de l'appareil **12**

2.1 Emplacement 12

2.2 Raccordement au secteur 12

2.3 Fusibles 13

2.4 Vérification de la connexion à la terre 13

2.5 Eau de dégivrage 13

2.6 Echappement de la pompe à vide 13

2.7 Mise en marche initiale 14

2.7.1 Raccordement de la pompe à vide et installation des accessoires 14

2.7.2 Eléments de contrôle et composants fonctionnels 20

2.7.3 Préparation à la mise sous vide 21

2.7.4 Mise sous vide 21

2.8 Messages d'erreur 21

2.9 Correction des erreurs 22

3 Système de contrôle LD-2 **23**

3.1 Commutateur d'alimentation 23

3.2 Touche "°C mbar" 24

3.3 Touche " "⏏ 24

3.4 Connexion du capteur de vide TPR 265 25

4 Généralités sur la lyophilisation 26

4.1 Congélation 29

4.2 Dessiccation primaire 30

4.3 Dessiccation secondaire 34

4.4 Fin du séchage et mise à l'atmosphère 34

4.5 Dégivrage 34

5 Description du processus de lyophilisation 35

5.1 Congélation à part et lyophilisation sur plateaux 35

5.2 Lyophilisation avec système de bouchage 35

5.3 Congélation à part et lyophilisation dans des flacons à fond rond 36

5.4 Congélation à part et lyophilisation d'ampoules sur manifold 37

6 Maintenance 38

6.1 Pompe à vide 38

6.2 Filtre d'échappement 38

6.3 Piège 38

6.4 Robinets en caoutchouc 38

6.5 Condenseur 39

6.6 Ajustement du capteur de vide TPR 265 39

6.7 Nettoyage 40

6.7.1 Nettoyage du lyophilisateur 40



6.7.2 Nettoyage des accessoires 40

6.7.3 Entretien de la vanne de vidange 41

6.7.4 Désinfection de la chambre et des accessoires 41

6.7.5 Vérifications par l'utilisateur 42

7 Instructions pour corriger les erreurs 43

7.1 Coupure de courant 43

7.2 Vide insuffisant 43

7.3 L'appareil ne fonctionne pas 44

7.4 Température du condenseur insuffisante 45

8 Annexe

Explication des schémas des connexions ALPHA 1-4 LD / 2-4 LD

Explication des schémas des connexions ALPHA 1-4 LD-2 / 2-4 LD-2

Manuel d'instructions de la pompe à vide (en cas de livraison)

Manuel d'instructions du filtre d'échappement (en cas de livraison)

Prospectus « Les lyophilisateurs ALPHA »

Prospectus « Les accessoires pour la lyophilisation »

Prospectus « La collection de lyophilisateurs »

Déclaration de contamination

Déclaration de retour

1 Informations générales

1.1 Introduction

Qu'est-ce que la lyophilisation ?

Lyophilisation signifie : extraction de l'eau d'un produit congelé. Le séchage est réalisé en évitant de passer par l'état liquide, par sublimation, c'est-à-dire par passage direct de l'état de glace à l'état de vapeur d'eau. Ceci est réalisé sous vide avec une température du produit inférieure à -10°C.

Le but de la lyophilisation est d'obtenir un produit facilement soluble dans l'eau et qui, après addition d'eau, présente les mêmes caractéristiques que le produit d'origine.

Le fait que le séchage soit effectué à l'état congelé sous des températures très basses rend possible le séchage, par exemple, de l'albumine, qui reste cependant soluble dans l'eau. De même, la plupart des autres composants chimiques ne subiront aucune modification qualitative ou quantitative.

La lyophilisation est également le procédé qui ménage le plus la conservation des propriétés biologiques des tissus et composants tissulaires fragiles.

Par la lyophilisation, le matériel d'origine principalement biologique - comme les tissus, les extraits tissulaires, les bactéries, les vaccins et le sérum - est transformé en produit sec. Les changements enzymatiques, bactériens et chimiques sont considérablement réduits par ce procédé.

1.2 Applications

Le lyophilisateur **ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2** est un appareil de laboratoire et de pré-production universel de haute performance permettant de lyophiliser des produits solides ou liquides dans des ampoules, des bouteilles, des ballons en verre, des bouteilles de plasma ou des coupelles. Selon les configurations, les différentes étapes du processus de lyophilisation sont réalisables dans l'appareil :

- Congélation
- Lyophilisation
- Dessiccation secondaire

Le lyophilisateur **ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2** convient à la lyophilisation de, par exemple, cultures de bactéries et de virus, plasma sanguin, fractions de sérum, anticorps, sérum, vaccins et produits pharmaceutiques comme le chloramphénicol, la streptomycine, les vitamines, les ferments ainsi que les extraits de plantes pour les examens biochimiques.

1.3 Caractéristiques techniques du lyophilisateur ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2

Données de capacité :

Capacité du condenseur :	max. 4 kg	max. 4 kg
Performances du condenseur :	max. 4 kg/24 h	max 4 kg/24 h
Température du condenseur :	environ -54°C	environ -84°C
Température des plateaux lors de la congélation dans le piège :	environ -25°C	environ -50°C
Surface de plateaux max. pour le séchage à l'extérieur du piège :	5x plateaux 360	
Surface de plateaux max. pour le séchage dans des flacons d'injection (conformément à DIN) avec bouchage sous vide ou sous atmosphère d'azote :	uniquement à l'extérieur du piège, 4x plateaux 250	
Séchage dans des flacons à fond rond, par exemple 300 ml de produit par flacon :	24 pièces avec chambre supplémentaire	

Autres caractéristiques :

Dimensions de l'appareil :	largeur : 390 mm hauteur : 415 mm profondeur : 540 mm (connexion de la bride de vide incluse)	
Poids :	environ 42 kg	environ _ kg
Emissions sonores selon DIN 45635	_ dB (A)	_ dB (A)
Compatibilité électromagnétique selon EN 55011 :	classe B	

Quantités de remplissage :

Réfrigérant :	voir étiquette à l'arrière de l'appareil

Alimentation électrique :

Connexion électrique :	230 V, 50 – 60 Hz (autres sur demande) et prise de terre centrale	
Consommation de puissance max. :	0,92 kVA	1,84 kVA
Courant max. :	4,0 A	8,0 A
Protection par fusibles	6,3 AT	10 AT
Température ambiante max. :	Catégorie de climat SN +10°C à +32°C (températures supérieures sur demande)	

Connexions de l'appareil :

Connexion au vide :	petit embout à bride DN 25 KF (ISO 28403, DIN 2861)
Vidange des condensats :	embout pour tuyau DN 10 avec 0,5 m tuyau de silicone (D = 8 x s = 2mm)

Sont inclus dans la livraison :

1 tube de graisse à vide

1 manuel d'instructions et documentation technique détaillée

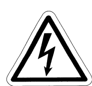
0,5 m de tuyau de vidange de condensat (silicone 9 x 12 mm)

1.4 Normes et réglementations

Se reporter à la déclaration de conformité EU jointe.

1.5 Règles de sécurité

1.5.1 ATTENTION ! Déconnecter le cordon d'alimentation !



Certaines pièces sous tension étant accessibles dans l'appareil, débrancher le cordon d'alimentation avant d'ouvrir les panneaux latéraux. Pour sa maintenance, l'appareil doit être mis hors tension avec le commutateur d'alimentation.

1.5.2 ATTENTION ! Solvants !



Les produits acides ou contenant une forte concentration en solvant ne peuvent pas être séchés sans mesures de protection et dispositifs spéciaux comme par exemple un piège de refroidissement pour protéger la pompe à vide (si nécessaire vérifier auprès du fabricant).

L'utilisation d'azides demande des mesures de sécurité particulières car un dangereux agent explosif se forme en présence de cuivre ou de métaux non ferreux ! Il est indispensable de consulter notre entreprise !

1.5.3 CONSEIL ! Nettoyage et entretien de l'appareil !



Pour les substances infectieuses, toxiques, pathogènes et radioactives, respecter les règles de sécurité correspondantes.

1.5.4 ATTENTION ! Gelures aux membres !



Pendant le fonctionnement du lyophilisateur, des situations dangereuses peuvent survenir au niveau du piège. Pendant l'installation des plateaux, faire attention à éviter tout contact des membres avec le condenseur car ils pourraient geler en surface. Les membres ne peuvent être alors décollés qu'en apportant de la chaleur. Ne pas utiliser de liquide.

1.5.5 IMPORTANT ! Instructions pour le transport !

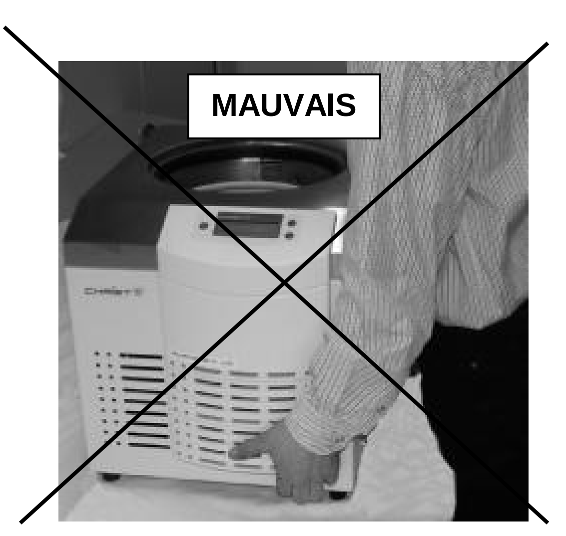
Conserver l'emballage pour un transport ultérieur.

Le lyophilisateur peut être porté par une seule personne en le tenant par le dessous des deux côtés sans aucun moyen de transport mécanique.



AVERTISSEMENT ! Pendant le transport ou la dépose de l'appareil, ne pas tenir le panneau de commande en plastique. Remarque : faire attention à ne pas s'écraser les doigts en posant l'appareil sur une surface.





1.6 Programmes de lyophilisation interdits

1. Utilisation d'un lyophilisateur incorrectement installé.

2. Utilisation sans panneaux latéraux.

3. Utilisation par une personne non habilitée.

4. Utilisation avec des plateaux incorrectement installés.

5. Utilisation avec des substances hautement corrosives pouvant endommager les matériaux et affecter la résistance mécanique de la chambre et des plateaux.

6. Utilisation avec des accessoires non autorisés par le fabricant, sauf pour des récipients de lyophilisation commerciale en verre ou plastique. L'utilisation de produits de mauvaise qualité est déconseillée. Le bris de verre ou l'éclatement de récipients peut créer des situations dangereuses pendant la lyophilisation.

7. Utilisation dans des zones présentant un risque d'explosion.

8. Ne pas cogner ou déplacer le lyophilisateur pendant le fonctionnement. Ne pas se pencher ou s'appuyer sur le lyophilisateur.

9. Ne pas placer de matériaux potentiellement dangereux, par exemple des récipients en verre contenant des liquides, à proximité du lyophilisateur.

10. Ne pas sécher de produits pouvant réagir en présence d'énergie élevée pendant le programme de lyophilisation.

11. Ne pas lyophiliser de substances explosives ou hautement inflammables.

12. Ne pas lyophiliser de substances pouvant endommager les matériaux des plateaux ou de la chambre d'une façon quelconque, ou uniquement en prenant des mesures de sécurité spéciales. Les substances infectieuses, toxiques, pathogènes et radioactives doivent être lyophilisées uniquement dans des récipients appropriés.

2 Installation et mise en service de l'appareil

2.1 Emplacement



AVERTISSEMENT ! Ne pas placer de papier, vêtement ou d'objets similaires derrière l'appareil car cela empêcherait la circulation d'air sur l'échangeur thermique.

Positionner le lyophilisateur horizontalement. La température ambiante doit être comprise entre +15°C et +25°C environ.

Le compresseur de réfrigération du lyophilisateur est refroidi par air. Une circulation d'air suffisante est nécessaire. Respecter une distance d'au moins 30 cm avec le mur. Ne pas installer l'appareil à proximité de radiateurs ou de sources de chaleur et éviter l'exposition directe au soleil.

En cas de circulation d'air insuffisante ou de température ambiante excessive, la pression et la température augmentent dans le système de réfrigération.

Les connexions suivantes sont nécessaires sur l'emplacement d'installation :

2.2 Raccordement au secteur

La tension de fonctionnement sur la plaque d'identification doit correspondre à celle délivrée par le secteur local.

Les lyophilisateurs CHRIST sont des appareils de classe de sécurité I et sont équipés d'un câble de connexion à trois conducteurs et d'une fiche antichoc.

2.3 Fusibles

Le lyophilisateur doit être protégé par un fusible de 16 A.

2.4 Vérification de la connexion à la terre

Une vis permettant de corriger le potentiel de terre est située sur le panneau arrière du lyophilisateur. La vérification peut se faire à l'aide d'un appareil de mesure approprié.

2.5 Eau de dégivrage

L'eau de dégivrage est vidangée par la vanne de condensat de dégivrage sur le côté gauche de l'appareil. Pour vidanger le condensat, placer le tuyau fourni dans l'embout. Récupérer l'eau dans un récipient.

L'eau de dégivrage peut également être vidangée directement par le tuyau. Le condensat de dégivrage doit pouvoir s'écouler librement. Le tuyau doit pour cela présenter une pente descendante régulière. Vérifier qu'aucune quantité d'eau ne reste dans le tuyau. L'extrémité du tuyau doit toujours se trouver au-dessus du niveau du liquide dans le récipient de récupération du condensat. Cela élimine le risque d'aspiration d'eau et de résidus sales dans le piège en cas de présence de vide lors de l'ouverture de la vanne de condensat de dégivrage.

2.6 Echappement de la pompe à vide

La pompe à vide doit fonctionner avec la vanne de lest d'air ouverte pendant la dessiccation primaire. Les gouttelettes d'huile résultantes doivent être évacuées.

Connecter un tuyau de ½" sur la bride d'échappement de la pompe à vide RZ-2 ou RC-5 et un tuyau de ¾" sur la bride d'échappement de la pompe à vide DUO 005 ou DUO 010. Diriger le tuyau vers l'air libre ou vers une évacuation.

Installer le tuyau de façon à ce qu'un retour de résidus de condensation vers la pompe soit impossible. Avec des conduites ascendantes, il est préférable d'utiliser un séparateur (flacon de Woulfe ou bouteille de lavage) dans le tuyau.

Si une évacuation correcte des gouttelettes d'huile est impossible, nous conseillons d'installer un filtre d'échappement (séparateur de gouttelettes d'huile). Le filtre empêche la pollution de l'air par des gouttelettes d'huile émises par la pompe à vide dans des quantités dépendantes de la pression de fonctionnement.

Le filtre est installé sur la petite bride de connexion à l'arrière de l'appareil.

Le filtre est équipé d'une vanne de régulation de la pression qui indique la saturation du filtre. Nettoyer ou remplacer la cartouche de filtre au plus tard lorsque la vanne de

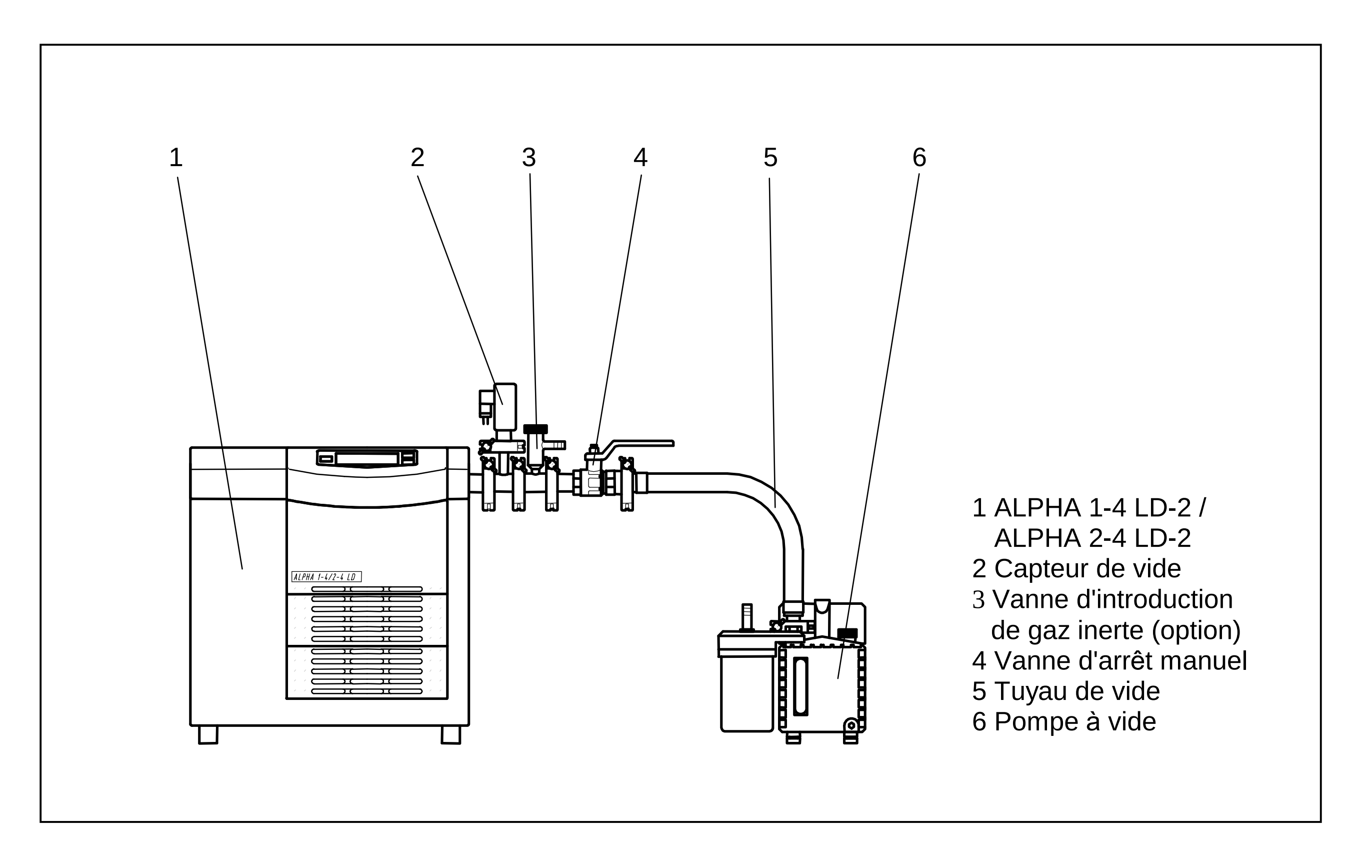
régulation de la pression est activée. L'huile collectée est visible à travers le regard et peut être vidangée par la vis de vidange.

(Se référer au manuel d'utilisation de la pompe à vide !)

2.7 Mise en service initiale

ATTENTION ! Vérifier que le lyophilisateur est correctement installé avant de le mettre en service (voir paragraphe 2.1 Emplacement et les paragraphes suivants).

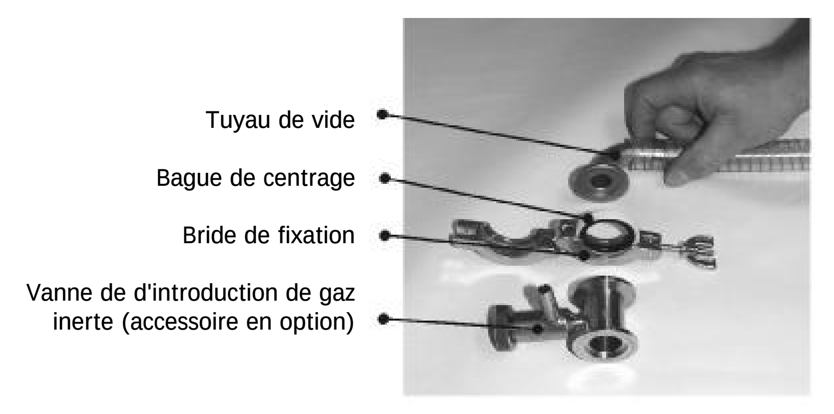
2.7.1 Raccordement de la pompe à vide et installation des composants accessoires



Connecter les composants accessoires sur le lyophilisateur ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2 conformément au schéma de montage ci-dessus. Utiliser les bagues de centrage et les brides de fixation avec écrous à oreilles pour les connexions (connexions à petites brides conformément à ISO 28403 respectivement DIN 2861, voir instructions suivantes).

Insérer également la fiche du capteur de vide dans la prise "Vacuum measuring sensor" (capteur de vide) à l'arrière de l'appareil (voir paragraphe 3.4 Connexion du capteur de vide TPR 265).

Instructions de raccordement des bagues de centrage et des brides de fixation



A Assemblage des connexions du vide



B Placer la bague de centrage sur un côté de la connexion à petite bride (par exemple tuyau de vide).



C Connecter la deuxième bride (la bague de centrage doit être correctement positionnée !), placer la bride de fixation sur la connexion et appuyer une sur l'autre.



D Serrer à la main la vis de la bride de fixation.

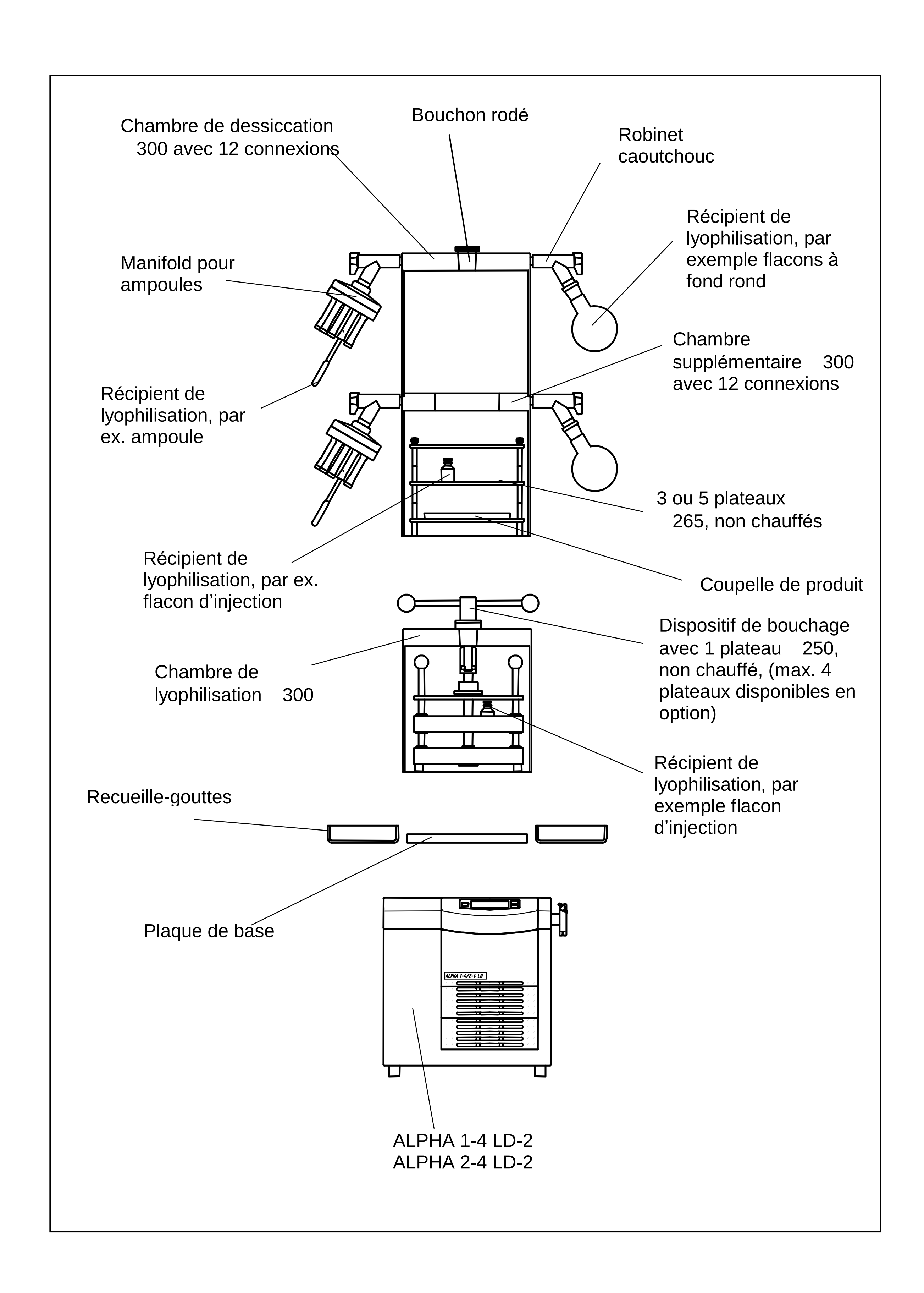
Les autres accessoires commandés (par exemple chambre de dessiccation, plateaux et connexions pour fioles à fond rond) sont ajoutés en conséquence.

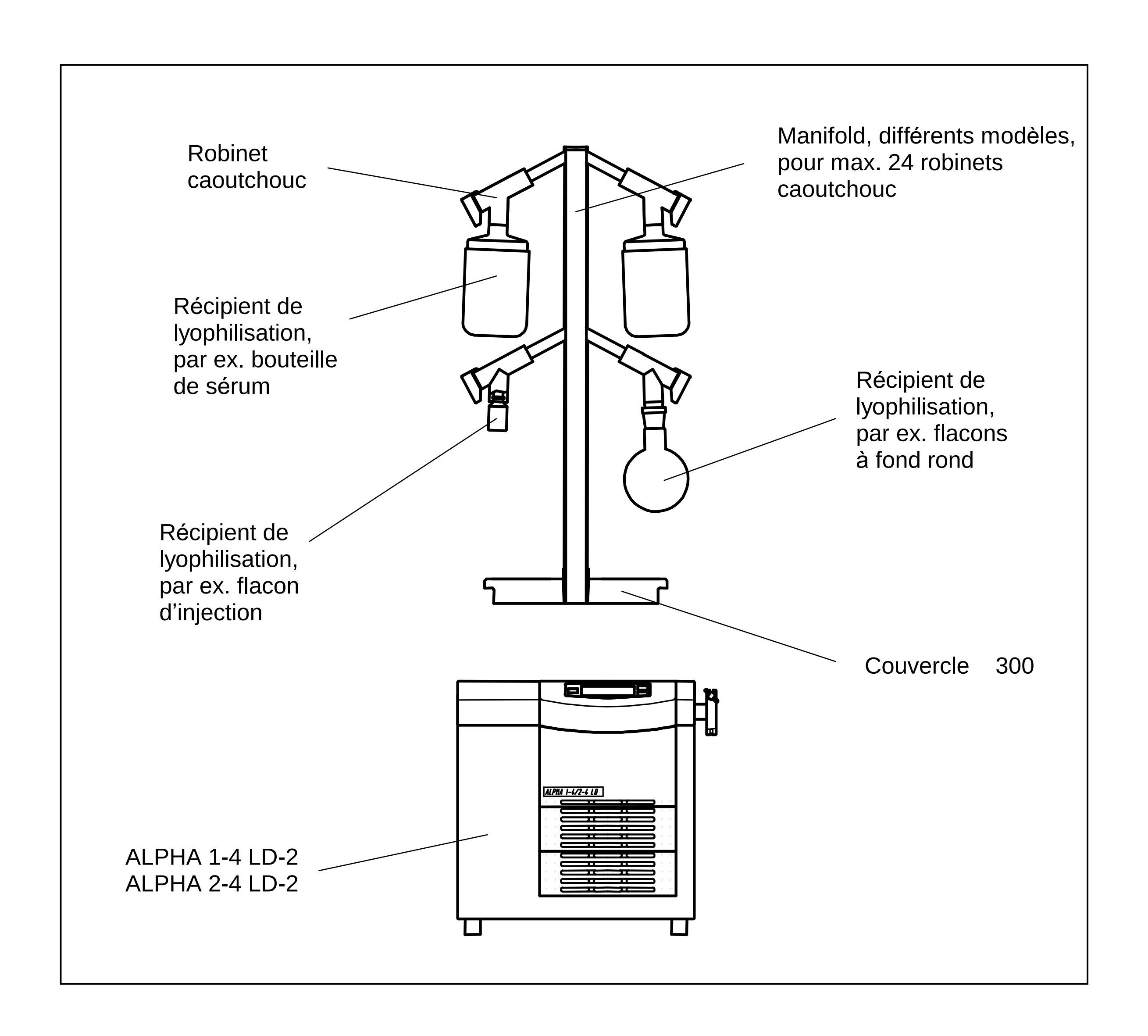


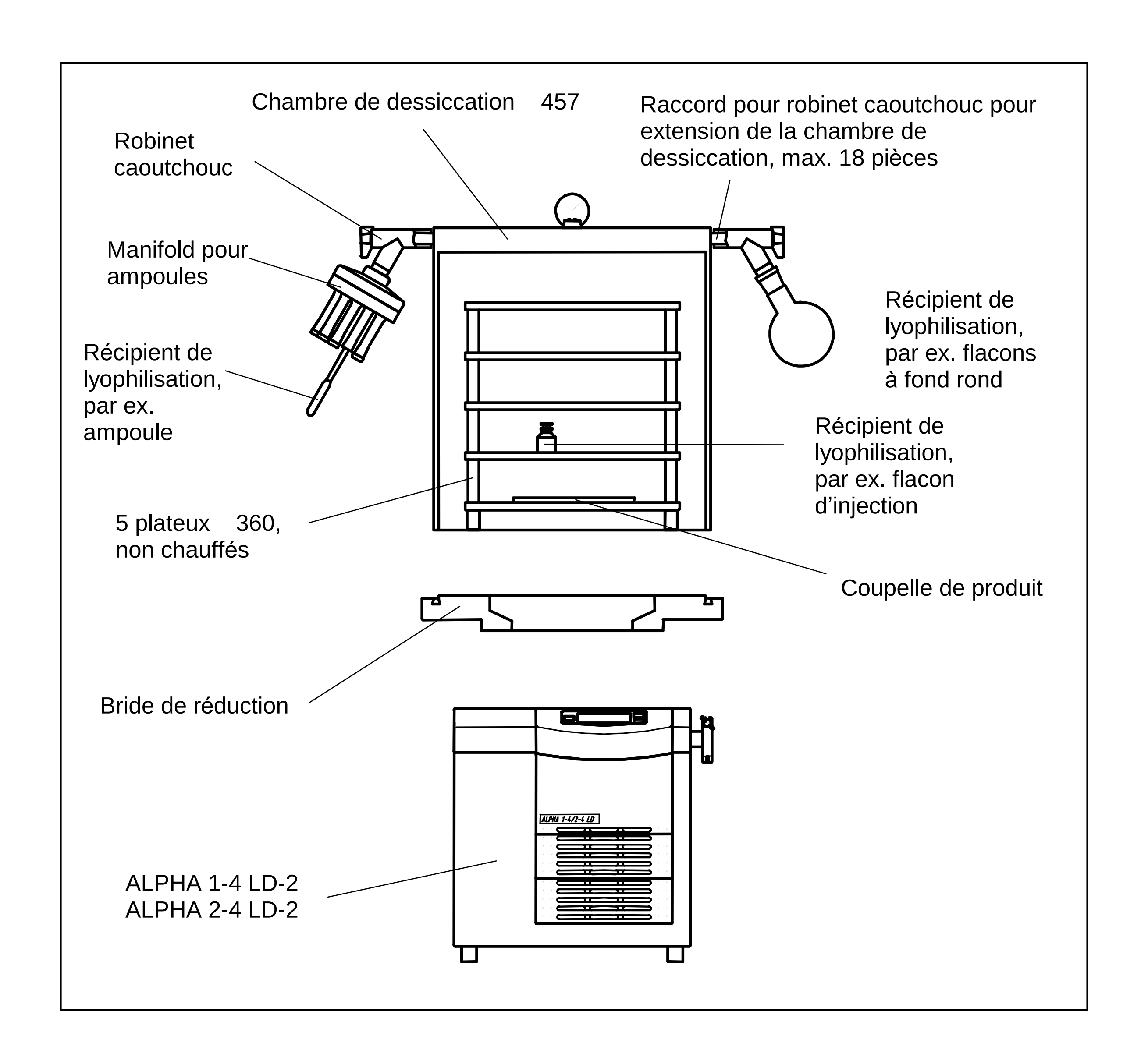
Exemple : accessoire pour lyophiliser sur 5 plateaux non chauffés et sur des robinets de caoutchouc refermables individuellement pour flacons à fond rond.



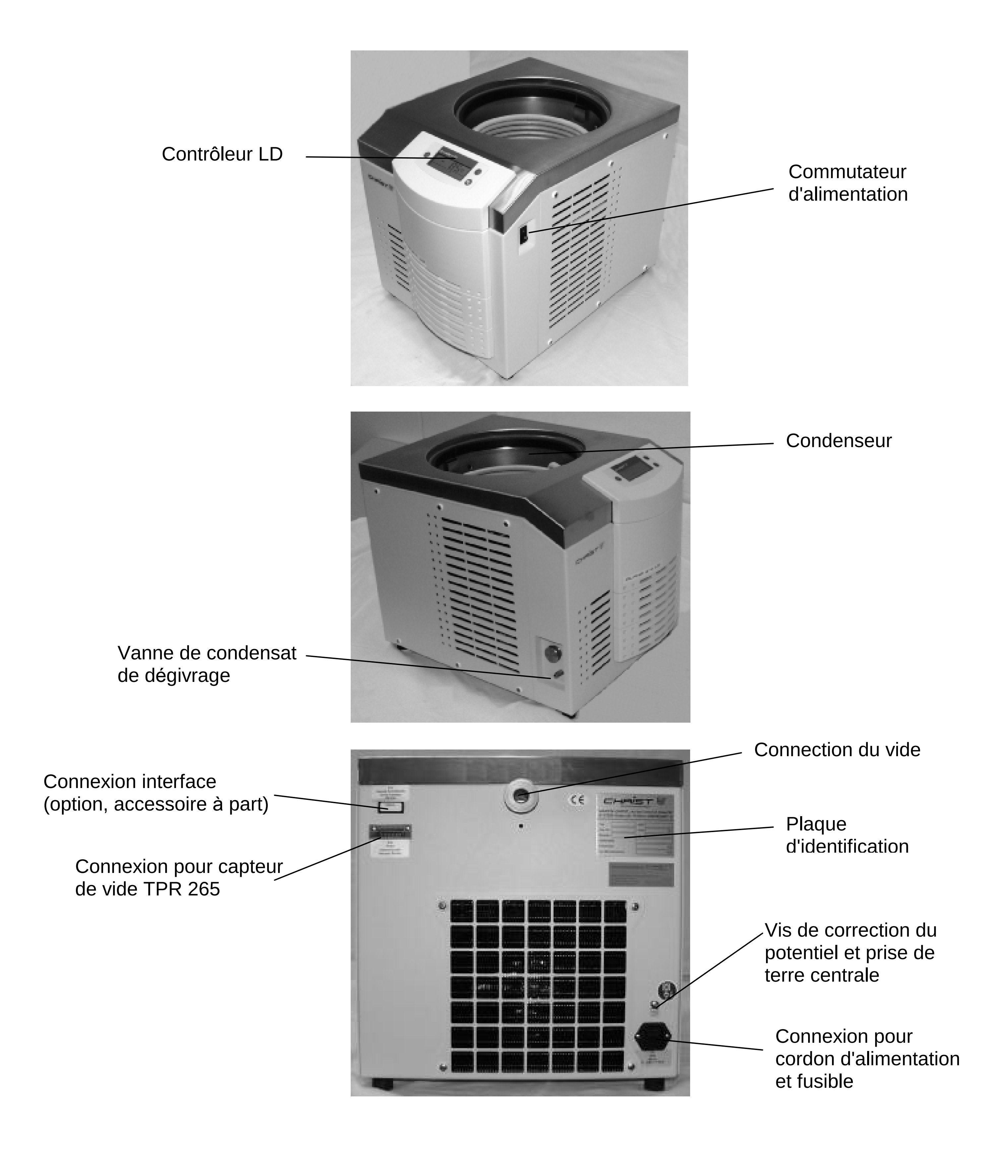
Exemple : accessoire pour lyophiliser sur 2 plateaux non chauffés avec dispositif de bouchage pour flacons à injection.


Bouchon rodé
Chambre de dessiccation
300 avec 12 connexions
Robinet
caoutchouc
Récipient de
lyophilisation, par
exemple flacons à
fond rond
Manifold pour
ampoules
Chambre
supplémentaire 300
avec 12 connexions
Récipient de
lyophilisation, par
ex. ampoule
3 ou 5 plateaux
265, non chauffés
Récipient de
lyophilisation, par ex.
flacon d'injection
Coupelle de produit
Dispositif de bouchage
avec 1 plateau 250,
non chauffé, (max. 4
plateaux disponibles en
option)
Chambre de
lyophilisation 300
Récipient de
lyophilisation, par
exemple flacon
d'injection
Recueille-gouttes
Plaque de base
ALPHA 1-4 LD-2
ALPHA 2-4 LD-2


Robinet
caoutchouc
Manifold, différents modèles,
pour max. 24 robinets
caoutchouc
Récipient de
lyophilisation,
par ex. bouteille
de sérum
Récipient de
lyophilisation,
par ex. flacons
à fond rond
Récipient de
lyophilisation,
par ex. flacon
d'injection
Couvercle 300
ALPHA 1-4 LD-2
ALPHA 2-4 LD-2


Chambre de dessiccation 457
Raccord pour robinet caoutchouc pour extension de la chambre de dessiccation, max. 18 pièces
Robinet caoutchouc
Manifold pour ampoules
Récipient de lyophilisation, par ex. flacons à fond rond
Récipient de lyophilisation, par ex. ampoule
Récipient de lyophilisation, par ex. flacon d'injection
5 plateux 360, non chauffés
Coupelle de produit
Bride de réduction
ALPHA 1-4 LD-2
ALPHA 2-4 LD-2

2.7.2 Eléments de contrôle et composants fonctionnels



2.7.3 Préparation à la mise sous vide

Installer une chambre de dessiccation en Plexiglas® avec bouchons rodés sur le piège.

La vanne d'eau de dégivrage du côté gauche de l'appareil et les robinets en caoutchouc doivent être fermés.

Connecter la pompe à vide sur l'appareil et au secteur.

2.7.4 Mise sous vide

La chambre de dessiccation est évacuée par la mise en marche de la pompe à vide.

Après avoir mis la pompe en marche, le couvercle ou la chambre en acrylique sont aspirés sur l'appareil par le vide.

2.8 Messages d'erreur

En cas d'erreur la partie inférieure de l'écran LCD indique un code d'erreur « ER : XX ». Le code d'erreur et la température resp. le vide actuelles sont affichés en alternance jusqu'à ce que l'appareil soit mis hors/sous tension.

Toute erreur doit être confirmée par une des deux mesures suivantes :

- Mettre hors/sous tension (commutateur d'alimentation ; Power-On-Reset)
- A l'aide de l'interface de communication (commande « reseterr »)

Code d'erreur	**Type d'erreur**
ER10	Surpression Compresseur 1 : Compresseur s'éteint jusqu'à la régulation de la surpression
ER11	Surpression Compresseur 2 : Compresseur s'éteint jusqu'à la régulation de la surpression

2.9 Correction des erreurs

Type d’erreur	Mesures
Impossible de démarrer l’appareil	
1. Panne de secteur	Cordon d’alimentation branché ?
	Contrôler et, en cas d’échéance, échanger les fusibles de l’appareil (cordon d’alimentation, cartouche fusible) resp. la protection par fusibles du bâtiment
Aucune indication sur le panneau de commande	
	Cordon d’alimentation branché ?
	Contrôler et, en cas d’échéance, échanger les fusibles de l’appareil (cordon d’alimentation, cartouche fusible) resp. la protection par fusibles du bâtiment
Appareil ne refroidit pas	
Le vide n’est pas atteint	
1. Les bagues de centrage des connexions à petite bride ne sont pas correctement positionnées (connexion : pompe à vide – piège refroidisseur)	
2. Joint du couvercle non étanche	Nettoyage ; en cas d’endommagement du joint du couvercle appeler le SAV
3. Vanne de condensat de dégivrage endommagé (ne ferme pas)	Nettoyage ; échanger les joints de la vanne de condensat de dégivrage

3 Système de contrôle LD-2

Un des avantages particuliers du système de contrôle convivial LD-2 (Lyo-Display) est que toutes les fonctions sont expliquées sur le panneau de commande.

- L'écran à cristaux liquides indique les données les plus importantes du processus (température du condenseur, vide).
- Conversion de la température et du vide conformément à la courbe de tension de vapeur sur glace.
- Interface de communication RS-232 (PC) disponible en option.



3.1 Commutateur d'alimentation

Mettre l'appareil sous tension à l'aide du commutateur d'alimentation en haut du côté droit de l'appareil.

L'affichage LED s'allume et le groupe frigorifique se met en marche.



3.2 Touche "°C mbar"

Sur le lyophilisateur **ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2**, l'utilisateur peut afficher soit le vide dans la chambre de dessiccation, soit la température du condenseur. Le changement d'affichage se fait en appuyant sur les touches **"°C "** ou **" mbar"**.

Le capteur de vide TPR 265 (accessoire) est nécessaire pour mesurer le vide.

La gamme de pression supérieure - sans importance pour la lyophilisation – est affichée par étapes grossières (**"A"** correspond à atmosphère).

Si l'appareil n'est pas équipé d'un capteur de vide, l'affichage indique "----" pour la position "mbar".

3.3 Touche "⏏"

Avec cette touche, la température du condenseur peut être convertie en vide dans la chambre de dessiccation conformément à la courbe de tension de vapeur sur glace ou le vide mesuré peut être converti en température des échantillons.

La possibilité de convertir la courbe de tension de vapeur sert d'indication et aide à relier la pression et la température pendant la lyophilisation (voir chapitre 4).

3.4 Connexion du capteur de vide TPR 265

Les appareils sans capteur de vide peuvent facilement être équipés du capteur **TPR 265** pour mesurer le vide. Pour cela, insérer la fiche du capteur dans la prise à l'arrière de l'appareil.

Le capteur est livré avec une pièce en T avec des connexions à petite bride. Connecter le capteur avec cette pièce en T sur la connexion du panneau arrière de l'appareil.

Ajuster le capteur de vide si une valeur autre que "A" (atmosphère) s'affiche après avoir mis l'appareil sous tension (voir paragraphe 6.6 "Réglage du capteur de vide TPR 265").



4 Généralités sur la lyophilisation

La lyophilisation constitue la procédure la plus douce pour déshydrater les produits biologiques et chimiques. Elle est basée sur le phénomène physique de la sublimation, c'est à dire le passage direct de l'état solide à l'état gazeux. Le produit congelé est placé dans la chambre à vide pour le séchage. Le condenseur peut être décrit comme une pompe à vapeur car l'humidité qui s'évapore sous vide pendant la phase de lyophilisation gèle sur le condenseur. La pompe à vide est par conséquent prévue pour retirer uniquement l'air de la chambre de dessiccation (= pompe à gaz) et non les vapeurs. Afin de démarrer le processus de sublimation, il faut apporter de la chaleur au produit. Ceci se fait pendant la lyophilisation dans des flacons à fond rond ou dans des bouteilles de sérum, etc. par l'intermédiaire de l'environnement plus chaud (contact thermique direct), sur les plateaux non chauffés par le rayonnement thermique provenant de l'environnement et directement par les plateaux s'ils sont chauffés. Lorsque "l'eau libre" a été retirée du produit, il est également possible de retirer l'eau cristalline liée à l'aide d'un vide très poussé. Cette partie du processus de la lyophilisation est appelée dessiccation secondaire (désorption).

Construction du lyophilisateur

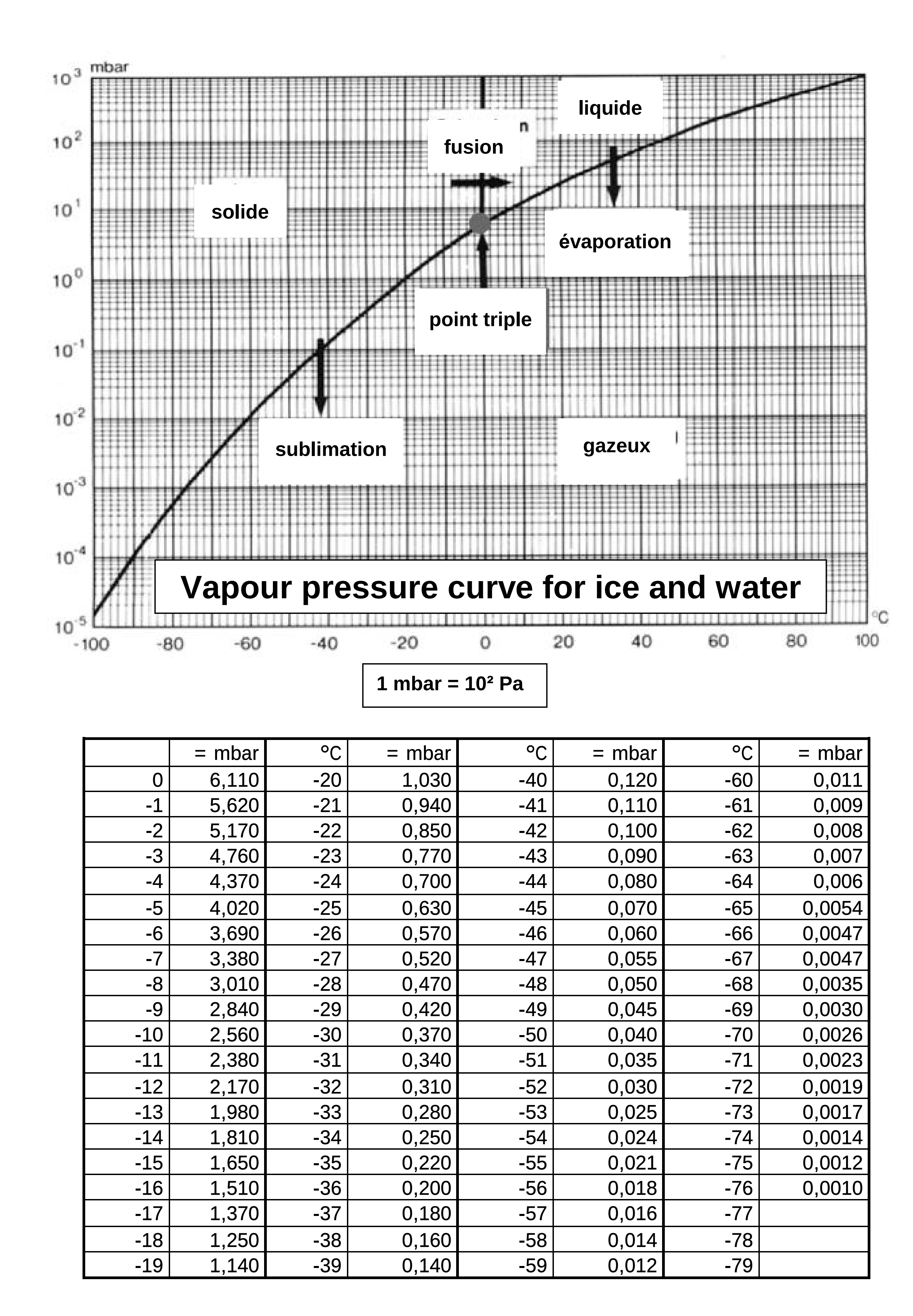
Les composants du lyophilisateur sont :

- Chambre de dessiccation et accessoires
  - a plateaux chauffants ou non pour lyophilisation en coupelles
  - b plateaux avec système de bouchage pour lyophilisation en bouteilles
  - c robinets en caoutchouc pour raccorder des flacons à fond rond, des bouteilles de sérum, etc.
  - d manifold pour raccorder les flacons à fond rond, bouteilles de sérum, etc.

- Pompes à air et vapeur d'eau
  - a pompe à vide pour évacuer la chambre de dessiccation (= pompe à gaz)
  - b condenseur avec températures de -50°C à -110°C (suivant le type d'appareil) pour condenser la vapeur d'eau (= pompe à vapeur).

Sublimation

Le principe de la sublimation est brièvement expliqué à l'aide de diagramme d'équilibre de l'eau (lyophilisation de solutions principalement aqueuses, voir courbe de tension de vapeur).
Si la pression atmosphérique est supérieure à 6,11 mbar, l'eau passe par les trois phases (solide, liquide, gaz) lorsque la température baisse ou augmente. A 6,1 mbar, la courbe de pression de fusion, la courbe de tension de vapeur et la courbe de pression de sublimation se rencontrent en un point, le point triple. A ce point, les trois phases sont présentes simultanément. En dessous de ce point, c'est à dire lorsque le vide est inférieur à 6,11 mbar, la glace passe directement de la phase solide à la phase gazeuse en atteignant la courbe de pression de sublimation.



	= mbar	°C	= mbar	°C	= mbar	°C	= mbar
0	6,110	-20	1,030	-40	0,120	-60	0,011
-1	5,620	-21	0,940	-41	0,110	-61	0,009
-2	5,170	-22	0,850	-42	0,100	-62	0,008
-3	4,760	-23	0,770	-43	0,090	-63	0,007
-4	4,370	-24	0,700	-44	0,080	-64	0,006
-5	4,020	-25	0,630	-45	0,070	-65	0,0054
-6	3,690	-26	0,570	-46	0,060	-66	0,0047
-7	3,380	-27	0,520	-47	0,055	-67	0,0047
-8	3,010	-28	0,470	-48	0,050	-68	0,0035
-9	2,840	-29	0,420	-49	0,045	-69	0,0030
-10	2,560	-30	0,370	-50	0,040	-70	0,0026
-11	2,380	-31	0,340	-51	0,035	-71	0,0023
-12	2,170	-32	0,310	-52	0,030	-72	0,0019
-13	1,980	-33	0,280	-53	0,025	-73	0,0017
-14	1,810	-34	0,250	-54	0,024	-74	0,0014
-15	1,650	-35	0,220	-55	0,021	-75	0,0012
-16	1,510	-36	0,200	-56	0,018	-76	0,0010
-17	1,370	-37	0,180	-57	0,016	-77	
-18	1,250	-38	0,160	-58	0,014	-78	
-19	1,140	-39	0,140	-59	0,012	-79	

Tableau de conversion "Tension de vapeur sur glace" (courbe de pression de sublimation)

Etapes du processus de lyophilisation

Pré-congélation **+** **Dessiccation**

sous pression atmosphérique
(par exemple à –25°C)

= formation de structure de glace



sous vide
(par exemple à 0,1 mbar, égal à –42°C)

= conserve le contenu en eau dans la phase

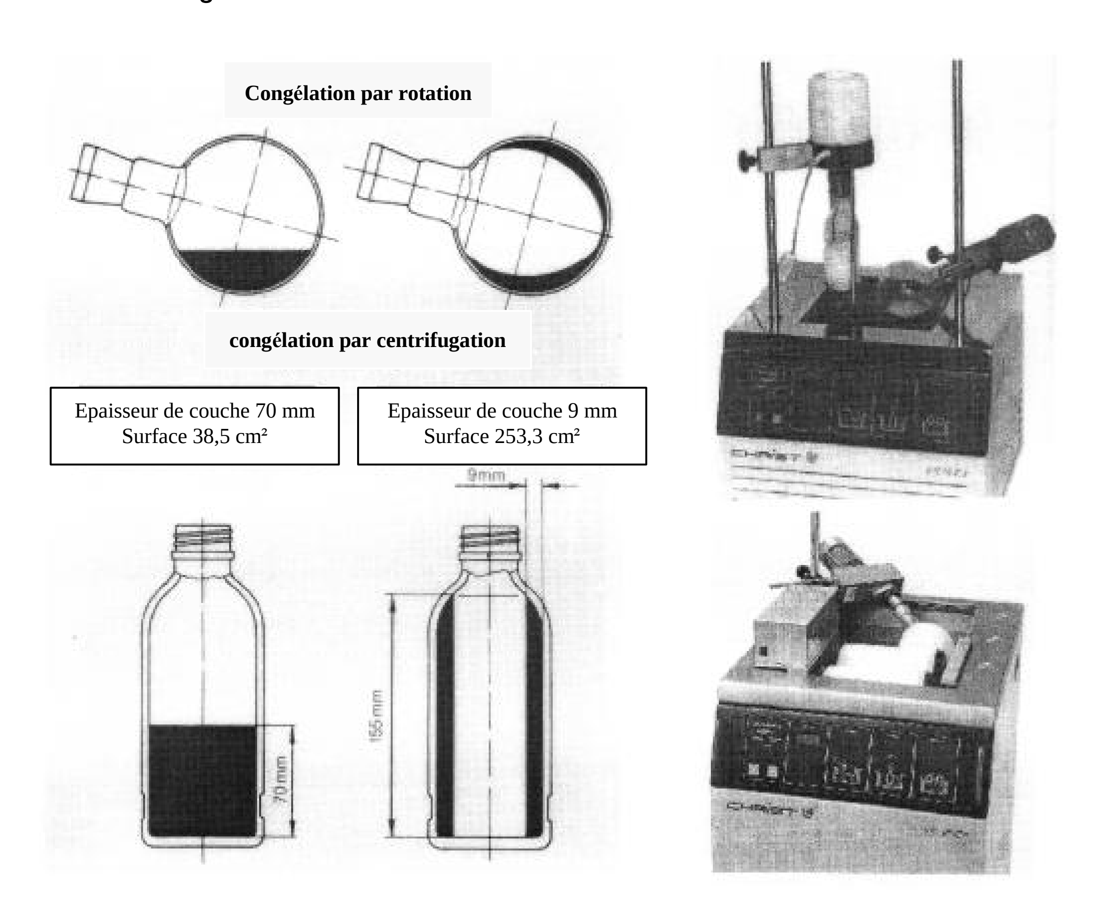
Nécessité d'ajouter :

Apport d'énergie (= chaleur)

mais : la matière reste en phase solide/glace !
(loi physique : le vide est responsable de la température du produit/vapeur)

4.1 Congélation

La congélation de petites quantités de produit est effectuée dans le piège du **ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2**. Les quantités plus importantes sont pré-congelées dans un congélateur.



Pour lyophiliser des liquides dans des bouteilles avec une épaisseur de couche supérieure à 1 cm, nous conseillons d'effectuer une pré-congélation dans un appareil de congélation par rotation ou centrifugation dans un bain réfrigérant (voir figures précédentes). Du fait de la force centrifuge, le liquide à congeler remonte le long des parois de la bouteille et gèle. Avec cette procédure de congélation, l'épaisseur de la couche est réduite et la durée de lyophilisation totale s'en trouve par conséquent considérablement écourtée.

La congélation dans l'appareil n'est pas nécessaire si le produit est pré-congelé ou conservé dans un congélateur par exemple. Dans ce cas, surtout pour la lyophilisation de petites quantités, il est conseillé de pré-réfrigérer les plateaux afin d'éviter une décongélation partielle pendant la mise sous vide.

Les éventuels résidus d'eau doivent être retirés du piège. Fermer la vanne de dégivrage de l'eau.

Graisser le bouchon rodé de la chambre acrylique avec de la graisse à vide !

L'épaisseur de la couche de produit ne doit pas dépasser 1 à 2 cm pour ne pas affecter la durée du processus de lyophilisation.

4.2 Dessiccation primaire

Mettre en marche la pompe à vide.

Commentaire :

Il est possible que des produits contenant par exemple des solvants ou présentant des concentrations salines élevées dégèlent pendant la lyophilisation (le produit mousse). Dans ce cas, il faut congeler les produits à des températures les plus basses possibles, par exemple dans l'azote liquide.

Attention :

Ne pas lyophiliser de produits acides ou présentant une forte concentration en solvant sans mesures de protection ou dispositifs spéciaux, comme par exemple un piège à froid pour protéger la pompe à vide (en cas de doute, contacter le fabricant).



L'utilisation d'azides demande des précautions particulières car un dangereux agent explosif se forme en présence de cuivre ou de métaux non ferreux ! Il est absolument indispensable de consulter le fabricant !

Dès que la sublimation de la vapeur d'eau du produit congelé commence, la chaleur est extraite et par conséquent le produit continue à refroidir.

La vitesse de sublimation maximale est atteinte au début de la lyophilisation.

Suivant la vitesse de sublimation, la température du condenseur et donc la pression de la chambre de dessiccation et du piège augmente.

La durée de la phase de dessiccation primaire dépend principalement de :

- l'épaisseur de la couche de produit;
- la quantité de matière solide présente dans le produit;
- la chaleur fournie au produit pendant la lyophilisation;
- la pression à l'intérieur de la chambre de dessiccation pendant la lyophilisation.

La vitesse de sublimation augmente avec une augmentation de la pression (pas du vide !), ce qui écourte la durée de la lyophilisation.

La vapeur d'eau générée pendant la dessiccation primaire n'est pas aspirée par la pompe à vide, elle est collectée dans le condenseur.

La fonction de la pompe à vide est d'abaisser la pression partielle des gaz non condensables pour que la vapeur d'eau puisse être déplacée du produit vers le condenseur.

De petites quantités de vapeur d'eau peuvent cependant être aspirées par la pompe à vide. C'est pour cela que la pompe à vide est équipée d'un lest d'air.

Si la vanne de lest d'air est ouverte, les vapeurs condensables extraites sont refoulées par le tuyau d'échappement avec l'air.

La vanne de lest d'air doit pour cette raison rester ouverte pendant la dessiccation primaire !

La vanne de lest d'air doit être fermée uniquement pour la dessiccation secondaire.

Pendant la dessiccation primaire, l'humidité est extraite par sublimation, alors qu'elle est enlevée par désorption pendant la dessiccation secondaire.

Cette petite quantité de vapeur d'eau émise pendant la dessiccation secondaire peut être éliminée par la pompe à vide même si la vanne de lest d'air est fermée (pour plusieurs heures).

En général, il n'est pas nécessaire de fermer la vanne de lest d'air pendant le fonctionnement. La pompe à vide utilisée atteint avec la vanne de lest ouverte une pression finale comparable à la pression partielle de vapeur d'eau pouvant être atteinte.

L'humidité résiduelle dans le produit sec dépend essentiellement de :

- la température du produit séché pendant le processus de dessiccation secondaire;

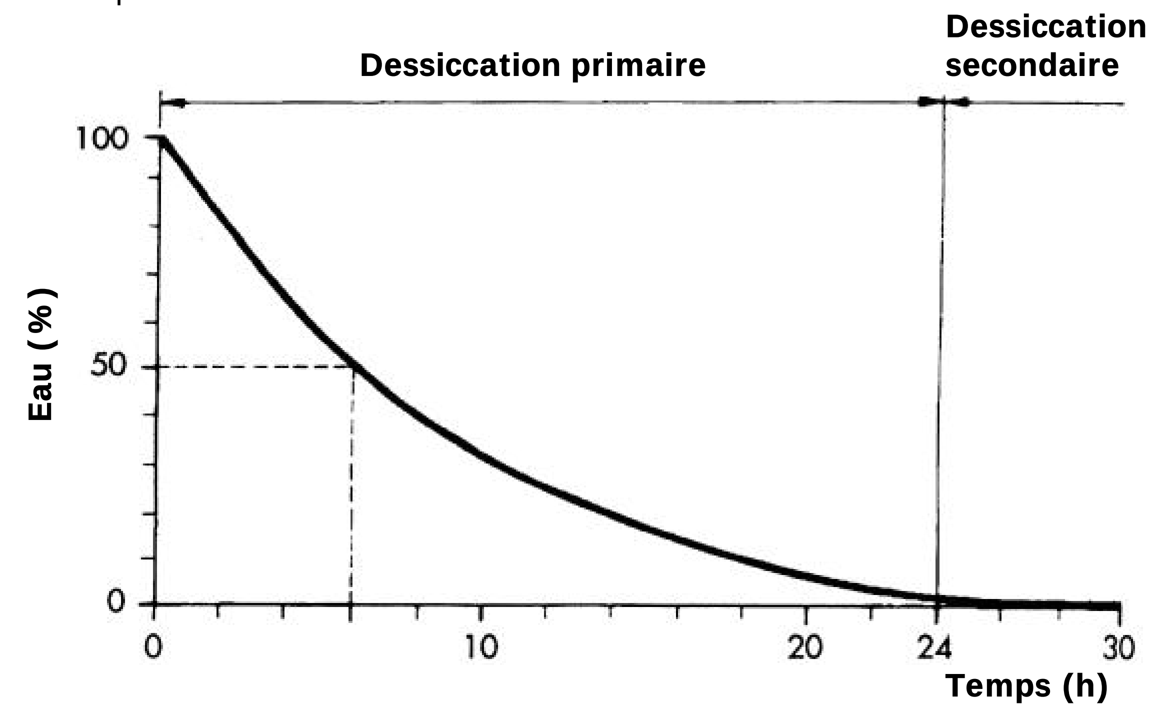
- le vide final atteint pendant le processus de dessiccation secondaire.

La fin de la phase de dessiccation primaire est atteinte lorsque la température du produit est presque la même que la température des plateaux (différence de température entre le plateau et le produit de 3°C à 5°C environ). Pour retirer l'eau cristalline liée du produit, démarrer la phase de dessiccation secondaire.

La figure suivante illustre le processus de lyophilisation d'un produit contenant environ 10% de matière solide. Pendant le premier quart de la phase de dessiccation primaire, 50 % du contenu en eau est condensé. Pendant le deuxième quart de la phase de dessiccation primaire, 50 % du contenu en eau résiduel est condensé. Ceci continue jusqu'à ce que la courbe approche asymptotiquement de l'axe du temps.

Cette courbe de dessiccation type est due au fait que la surface de sublimation diminue dans le produit et que la vapeur d'eau qui reste à extraire doit traverser les couches déjà asséchées. La résistance interne augmente pendant le processus de lyophilisation. La courbe de dessiccation est par conséquent essentiellement déterminée par la chaleur latente de sublimation et la vitesse de transport de la vapeur d'eau. Afin d'augmenter les propriétés de conduction thermique spécifique du produit à lyophiliser et de conserver le volume de vapeur d'eau aussi bas que possible, il est

nécessaire que la lyophilisation se déroule aussi proche que possible du point eutectique.



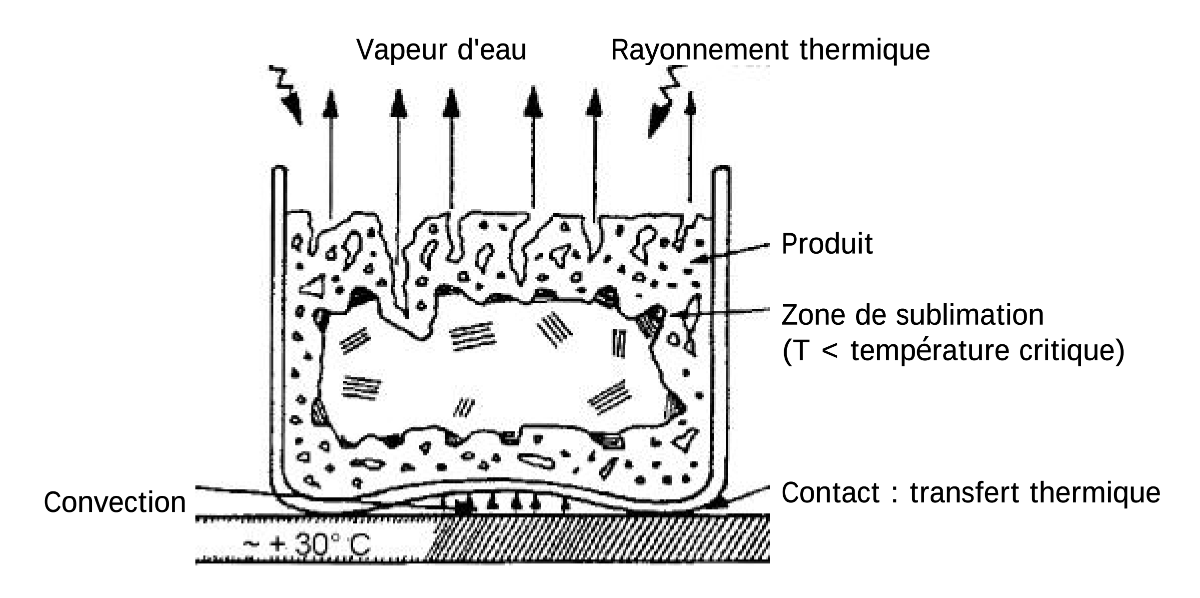
La durée de lyophilisation dépend en grande partie du vide de lyophilisation. Plus le vide est proche du point eutectique conformément à la courbe de tension de vapeur sur glace, plus la durée de lyophilisation est courte.

Corrélations intéressantes :

1,0	gramme de glace à		
1,0	mbar suppose un volume de	1	m³ vapeur
0,1	mbar suppose un volume de	10	m³ vapeur
0,01	mbar suppose un volume de	100	m³ vapeur

Transport d'énergie pendant la lyophilisation

L'apport de chaleur nécessaire à la lyophilisation du produit se fait par contact thermique direct dans la chambre de dessiccation, conduction thermique à travers le gaz ou par rayonnement. Le transfert thermique par contact direct et conduction thermique par gaz sont les sources les plus habituelles de chaleur dans les lyophilisateurs contemporains. Les contraintes provoquées par les phénomènes précédents sont visibles sur le diagramme suivant.



Effets de la lyophilisation d'un produit dans une coupelle

Le transfert thermique se fait par l'intermédiaire des plateaux chauffants[1], par contact direct par le fond des récipients et/ou par le gaz entre les plateaux et les récipients par convection.

Au début de la sublimation, le transfert thermique par l'intermédiaire des parois du récipient vers le produit congelé est très efficace. Cependant, une surface exempte de glace, poreuse et sèche se forme rapidement et présente un gradient de température entre la paroi du récipient et du produit. La faible conductivité thermique du produit déjà sec peut entraîner une augmentation de température au centre de la glace. Si la température du noyau augmente au-dessus de la température de fusion, le produit commence à décongeler. Ceci s'applique spécialement aux produits non homogènes et aux épaisseurs de couche importantes. Pendant cette phase de lyophilisation, il est important de réguler l'apport de chaleur et de réguler avec précision la température et la pression.

[1] Dans le cas d'utilisation de plateaux chauffants uniquement, sinon par rayonnement sur les parois du récipient ou sur la surface exposée du produit.

4.3 Dessiccation secondaire

La pression finale de la chambre de dessiccation dépend de la température du condenseur conformément à la courbe de tension de vapeur sur glace :

Par exemple 1,030 mbar correspond à -20°C
0,370 mbar correspond à -30°C
0,120 mbar correspond à -40°C
0,040 mbar correspond à -50°C
0,011 mbar correspond à -60°C

L'appareil est en état de fonctionner si la température du condenseur est inférieure à -50°C et que la pression est inférieure à 0,120 mbar.

La pression finale mesurée par le capteur de vide lorsque l'appareil ne contient pas de produit et sa valeur de température de glace correspondante sont principalement déterminées à l'endroit le plus chaud de la glace sur le piège. De plus, cette valeur est affectée par les résidus ou les solvants présents dans le produit montrant une tension de vapeur plus élevée.

4.4 Fin du séchage et mise à l'atmosphère

Le vide et la température du condenseur peuvent donner une indication sommaire de la fin du séchage. La charge en glace du condenseur n'augmente plus et le condenseur atteint une température finale d'environ -50°C à -54°C. La pression dans la chambre de dessiccation diminue du fait de la température du condenseur

La pompe à vide est arrêtée et la chambre de dessiccation est remplie d'air par un robinet en caoutchouc ou par la vanne d'eau de dégivrage. Une vanne de suppression du vide pour mettre de l'azote, un autre gaz inerte ou de l'air est disponible en accessoire.

Mettre ensuite l'appareil hors tension et retirer le produit.

4.5 Dégivrage

Le dégivrage du condenseur se fait à température ambiante ou avec de l'eau chaude. Le piège doit être au maximum rempli d'eau à la moitié de sa contenance.

Pendant le remplissage, il est important que l'eau n'entre pas dans la connexion du tuyau de la pompe à vide ni dans le capteur de vide !

L'eau de dégivrage est vidangée par la vanne de dégivrage du condensat du côté gauche de l'appareil. Pour cela, connecter un tuyau sur le raccord. Collecter l'eau de dégivrage dans un récipient.

5 Description du processus de lyophilisation

5.1 Congélation à part et lyophilisation sur plateaux

Retirer les éventuels résidus d'eau du piège. Ouvrir et refermer la vanne de condensat de dégivrage pour pouvoir vidanger l'eau résiduelle. Essuyer le piège pour le sécher si nécessaire.

Mettre l'**ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2** en marche pour pré-congeler le condenseur.

Déposer le portoir sur la plaque du fond. Pour les petits échantillons, il est conseillé de refroidir à l'avance les plateaux afin d'éviter une décongélation partielle pendant le processus de mise sous vide.

Dès que les plateaux contenant les échantillons pré-congelés ont été introduits, fermer l'appareil avec la chambre de dessiccation et mettre la pompe à vide en marche.

5.2 Lyophilisation avec système de bouchage

Avec le système de bouchage, l'utilisateur peut boucher des bouteilles de sérum avec des bouchons en caoutchouc renforcé sur un ou deux plateaux sous vide ou sous gaz inerte. Pour cela, les plateaux sont déplacés les uns contre les autres par une plaque d'appui à l'aide d'un axe.

L'utilisateur doit ajuster la hauteur de la plaque d'appui en fonction de la hauteur des bouteilles. Retirer la vis de réglage de la hauteur.

Visser la tige filetée dans le plateau inférieur jusqu'à ce que la tête fendue soit à niveau avec les boules noires de la tige de guidage.

Serrer ensuite la plaque d'appui avec la vis de réglage de façon à ce qu'elle repose sur ou reste légèrement au-dessus du bouchon en caoutchouc. En cas d'utilisation de deux plateaux, le plus bas est également placé directement ou immédiatement au-dessus des bouchons en caoutchouc, comme la plaque d'appui.

Insérer la tige rotative étanche au vide dans le trou standard rodé de la chambre en acrylique à la place du bouchon. Avant de l'insérer, graisser la surface rodée de la tige avec de la graisse à vide.

Lorsque la lyophilisation est terminée, tourner le levier de la tige rotative vers la droite jusqu'à apparition d'une sensation de résistance.

Pour boucher les bouteilles, tous les plateaux doivent être remplis. Pour les petites quantités, disposer uniformément au moins trois espaceurs sur chaque plateau (en fonction de la hauteur des bouteilles avec bouchon en caoutchouc).

Des espaceurs appropriés sont disponibles sur demande.

5.3 Congélation à part et lyophilisation de flacons

Retirer les éventuels résidus d'eau du piège. Ouvrir et refermer la vanne de condensat de dégivrage pour pouvoir vidanger l'eau résiduelle. Essuyer le piège pour le sécher si nécessaire.

Mettre l'**ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2** en marche pour pré-congeler le condenseur.

Pour lyophiliser en-dehors du piège, différents manifolds sont disponibles (voir le catalogue d'accessoires). Installer la chambre de dessiccation à 8 connexions sur le joint d'étanchéité sur la plaque du fond du **ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2**. Connecter les manifolds avec joints rodés standards NS 45/40 par l'intermédiaire de l'orifice rodé de la chambre acrylique.

Pour assurer une connexion étanche au vide et pour simplifier le retrait des manifolds, graisser légèrement la surface rodée avant utilisation avec de la graisse à vide. Mettre ensuite le manifold en place et tourner de 360° pour distribuer uniformément la graisse.

Avant de mettre la pompe à vide en marche, il est nécessaire de vérifier que toutes les vannes sont fermées.

ATTETION ! Ne pas connecter les échantillons congelés sur les vannes avant d'avoir atteint une pression inférieure à 1,030 mbar.

Congeler les liquides dans des flacons suivant le principe de la congélation par rotation, manuellement ou avec un appareil rotatif. Du fait de ce processus de congélation, l'épaisseur de la couche est réduite et la durée de lyophilisation s'en trouve considérablement écourtée.

Les robinets en caoutchouc permettent une connexion et un retrait des flacons en continu pendant le processus de lyophilisation. Chaque robinet en caoutchouc est équipé d'un dispositif d'isolement et de mise à l'atmosphère.

Si les robinets en caoutchouc se grippent, ils doivent être démontés, nettoyés, légèrement graissés avec de la graisse à vide et remontés.

Avec un distributeur, un maximum de 15 ampoules peuvent être congelées simultanément dans le bain de refroidissement et connectées sur le manifold.

5.4 Congélation à part et lyophilisation d'ampoules sur manifold

Le manifold pour ampoule réf. 121290 (en option) est équipé de bouchons pour connecter un maximum de 48 ampoules afin de pouvoir le mettre sous vide à l'avance.

Raccorder le premier tuyau sur le milieu avec la pince pour tuyau fournie et retirer l'obturateur. Le vide est maintenu dans le système.

Congeler le liquide dans l'ampoule, soit dans un congélateur, soit par rotation dans un bain réfrigérant.

Si une congélation instantanée est nécessaire, nous conseillons de congeler l'échantillon dans l'azote liquide ou dans un bain réfrigérant.

Connecter ensuite l'ampoule sur le tuyau et retirer la pince du tuyau. Cela permet d'abaisser subitement la pression partielle dans l'ampoule et par conséquent d'éviter une décongélation partielle pendant la mise sous vide.

Avec cette procédure, l'utilisateur peut connecter une ampoule après l'autre.

Le scellement des ampoules se fait de la même façon. Le tuyau de l'ampoule à sceller est pincé et l'ampoule est scellée sous vide à l'aide d'un chalumeau.

Si l'ampoule se brise pendant le scellement, le vide de la chambre de dessiccation n'est pas affecté car le tuyau est fermé avec la pince.

Retirer le verre restant de l'ampoule et fermer le tuyau avec un bouchon factice.

Les ampoules peuvent ainsi être scellées une après l'autre ou de nouvelles ampoules peuvent être raccordées.

6 Maintenance

6.1 Pompe à vide

Pour l'entretien de la pompe à vide, se référer au manuel d'utilisation de la pompe à vide.

En complément, nous voudrions attirer l'attention sur les points suivants :

Vérifier régulièrement le niveau d'huile de la pompe à vide par le regard (au moins une fois par semaine en cas d'usage intensif). Rajouter l'huile manquante par l'orifice de remplissage d'huile. Une consommation d'huile ne peut pas être évitée du fait de l'utilisation de lest d'air. Se référer aux instructions de la pompe à vide pour la mise à niveau.

Changer l'huile la première fois après une centaine d'heures d'utilisation environ. Les intervalles entre les vidanges suivantes dépendent des conditions d'utilisation. En général, l'huile doit être changée toutes les 500 à 1000 heures d'utilisation.

Toujours vidanger l'huile pendant que la pompe est chaude.

6.2 Filtre d'échappement

Si l'appareil est équipé d'un filtre d'échappement (nécessaire si les gaz d'échappement ne peuvent pas être évacués à l'air libre ou dans un système de ventilation), faire attention à ce que le niveau de condensat dans le filtre ne monte pas trop haut. Evacuer le condensat à l'aide de la vis moletée en bas du filtre.

(Se référer au manuel d'utilisation de la pompe à vide !)

6.3 Piège

Avant chaque mise en service, vérifier que tous les résidus d'eau ont été retirés du piège. Essuyer le piège si nécessaire.

Nous conseillons d'ouvrir la vanne de dégivrage puis de la refermer avant chaque lyophilisation.

6.4 Robinets de caoutchouc

Faire spécialement attention aux robinets en caoutchouc. Si ces robinets se grippent, il faut les démonter, les nettoyer, les enduire légèrement de graisse à vide et les remonter.

6.5 Condenseur

Un condenseur à ailettes est utilisé pour refroidir le réfrigérant comprimé par le compresseur. Le condenseur est placé au fond de l'appareil. Il doit être vérifié régulièrement tous les quelques mois. Retirer si nécessaire la poussière et les saletés. L'échangeur thermique peut être nettoyé avec une brosse, avec un aspirateur par l'extérieur ou avec de l'air comprimé par l'intérieur de l'appareil.

Un excès de saleté sur le condenseur entraînera une perte de performances et des pannes de l'appareil !

Remarque : ne pas retourner l'appareil !

6.6 Ajustement du capteur de vide TPR 265

Ajuster au moins une fois par an le capteur de vide si l'appareil est utilisé en continu. Sans quoi le point de fonctionnement du capteur peut varier, et par exemple "800 mbar" sera indiqué à la place de "A" (atmosphère).

Pour ajuster le capteur, deux valeurs doivent être réglées :

"A"	= Atmosphère
"HV"	= Vide poussé

La gamme de vide poussé du capteur est plus stable, et dans la plupart des cas seule la valeur d'atmosphère nécessite un ajustement.

Ajustement de "A" :

- Insérer la fiche du capteur TPR 265 dans la prise sur le panneau arrière du **ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2**, mettre l'appareil en marche et sélectionner l'affichage du vide.
- Mettre la pompe à vide en marche et la laisser préchauffer pendant environ 15 minutes.
- Installer le TPR 265 sur le raccord au vide de la pompe à vide.
- Mettre la pompe à vide en marche et faire le vide pendant environ 3 minutes, puis laisser lentement l'air pénétrer dans l'appareil.
- Attendre environ 10 minutes. Pour le réglage de la valeur atmosphérique, il est important que le TPR 265 soit sur la place exacte de son utilisation ultérieure !
- Appuyer sur la touche de conversion " " du **ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2** et régler le point de transition sur l'affichage de "A-FF" à "A-or" (c'est à dire

- entre "FF" et "Overrange" [hors gamme]) à l'aide du potentiomètre "ATM" du TPR 265.

Ajustement de "HV" :

Le réglage du vide poussé doit être effectué à l'aide d'une pompe à vide à palette à deux étages en bon état de marche :

– Installer le TPR 265 sur la pompe à vide et faire le vide pendant environ 10 minutes.

– Régler le point de transition sur l'affichage du **ALPHA 1-4 LD-2 / ALPHA 2-4 LD-2** entre 0,0026 mbar et 0,0030 mbar à l'aide du potentiomètre "HV" du TPR 265.

Laisser lentement entrer l'air dans l'appareil et recommencer la procédure de réglage.

Si un problème survient pendant la procédure de réglage du capteur de vide, envoyer le capteur de vide à Christ pour vérification. Le capteur de vide a une durée de vie limitée. Les capteurs défectueux seront échangés.

6.7 Nettoyage

6.7.1 Nettoyage du lyophilisateur



Utiliser de l'eau savonneuse ou d'autres détergents doux solubles dans l'eau pour nettoyer le lyophilisateur. Eviter l'utilisation de substances corrosives et agressives. Ne pas utiliser de solutions alcalines ou de solvants ou agents contenant des particules abrasives. Retirer les résidus de produit de la chambre à l'aide d'un chiffon. Il est conseillé d'ouvrir le couvercle lorsque le lyophilisateur n'est pas utilisé pour que l'humidité puisse s'évaporer. **En cas de risque de contamination par un produit toxique, radioactif ou pathogène, respecter des mesures de sécurité spéciales.**

6.7.2 Nettoyage des accessoires

Pour l'entretien des accessoires, respecter les règles de sécurité car ces mesures assurent en même temps la fiabilité du fonctionnement.

Les réactions chimiques et la corrosion sous contrainte (combinaison de changements de pression et réactions chimiques) peuvent affecter ou détruire la structure des métaux et des pièces en matières synthétiques. Des craquelures difficilement détectables se propagent sur la surface et affaiblissent le matériau sans signe visible. Lorsqu'une détérioration visible sur la surface, une craquelure, une marque ou n'importe quelle autre modification, y compris la corrosion, est détectée, la pièce (plateau, récipient, chambre de dessiccation, etc.) doit être immédiatement remplacée.

Afin d'éviter de les endommager, nettoyer régulièrement le ventilateur, le joint du couvercle, les récipients, les portoirs, la chambre en acrylique et les plateaux



Le nettoyage des accessoires doit se faire à l'extérieur du lyophilisateur une fois par semaine ou de préférence après chaque utilisation. **En cas de risque de contamination par un produit toxique, radioactif ou pathogène, respecter des mesures de sécurité spéciales.**

Les accessoires en aluminium sont particulièrement sensibles à la corrosion. Utiliser un agent neutre avec une valeur de pH comprise entre 6 et 8 pour ces pièces. Eviter les agents alcalins (pH > 8). Ceci augmente leur durée de vie et diminue la corrosion.

Un entretien soigneux par l'utilisateur augmente la longévité et évite les défaillances prématurées des accessoires. Les dommages causés par un manque de soin constituent un motif d'annulation de la garantie.

6.7.3 Entretien de la vanne de vidange

Apporter un soin particulier à la vanne de vidange. Le dépôt à cet endroit de résidus des lyophilisations précédentes entraîne un risque de mauvais fonctionnement du lyophilisateur. Par conséquent, faire attention à ce qu'aucun produit ou résidu n'atteigne le tuyau vers la vanne de vidange.

6.7.4 Désinfection de la chambre et des accessoires

Tous les désinfectants habituels comme par exemple l'INCIDUR, Melisiptol Sagrotan, Buraton ou Terralin (obtenus auprès de fournisseurs pour laboratoires) peuvent être utilisés.

NOTE ! Vérifier la compatibilité des produits avec le couvercle; consulter également l'annexe "Propriétés chimiques du PLEXIGLAS (verre acrylique)".

Les lyophilisateurs et les accessoires sont constitués de différents matériaux. Tenir compte d'une possibilité d'incompatibilité. Pour l'autoclavage, vérifier la stabilité à la température de chaque matériau. Nous contacter en cas de doute. **Désinfecter les lyophilisateurs et les accessoires en cas d'utilisation de matières dangereuses.**

6.7.5 Vérifications par l'utilisateur

L'utilisateur doit vérifier que les pièces importantes du lyophilisateur mettant en jeu la sécurité ne sont pas endommagées.

Ceci fait spécialement référence à :

1. Couvercle acrylique ou chambre acrylique
2. Joints
3. Niveaux d'huile de la pompe à vide
4. Accessoires, surtout les modifications de structure comme la corrosion, les craquelures, l'abrasion et l'usure des matériaux, etc.

Vérifier également régulièrement le conducteur de mise à la terre.

7 Correction des erreurs

7.1 Coupure de courant

En cas de panne de courant pendant la lyophilisation, tous les échantillons peuvent être rendus inutilisables. La possibilité de sauver ou non les échantillons dépend de la phase de séchage atteinte par le produit au moment de la panne.

Il faut différencier les phase de dessiccations primaire et secondaire :

Le produit est en phase de dessiccation secondaire lorsque l'humidité restante est de 5% environ. Au-dessous de cette valeur, le produit n'est généralement pas endommagé en cas de panne de courant.

Si le produit est en phase de dessiccation primaire, nous conseillons de ventiler l'appareil, de sortir le produit et de le conserver dans un congélateur. Vidanger le condensat de dégivrage avant de remettre le système en marche.

7.2 Vide insuffisant

Les vannes pour vide poussé demandent une attention spéciale. Vérifier la vanne de dégivrage ainsi que les robinets en caoutchouc.

Nous conseillons, après avoir déconnecté le cordon d'alimentation, de dévisser le panneau latéral gauche de l'appareil et de déconnecter dans l'appareil le tuyau de la vanne de vidange du condensat, de boucher la connexion du tuyau avec un bouchon en caoutchouc et de faire le vide dans l'appareil. Si l'appareil atteint à présent la pression de fonctionnement nécessaire, cela indique la présence d'une fuite dans la vanne. Ceci peut être dû à des résidus de lyophilisation, à des particules de chiffon ou à une usure des joints et des vannes.

Pour y remédier, nous conseillons de dépressuriser l'appareil et de le ventiler en utilisant la vanne d'évacuation des condensats de façon à emporter les éventuels résidus. Si nécessaire, remplacer les joints.

L'étape suivante consiste à vérifier les connexions des petites brides entre le lyophilisateur et la pompe à vide et spécialement la position des bagues de centrage. Il n'est généralement pas nécessaire de graisser les joints avec de la graisse à vide. Dans le cas contraire, en utiliser très peu !

Si la fuite ne disparaît pas de cette façon, nettoyer ou remplacer la vanne manuelle.

Vérifier l'huile dans la pompe à vide, changer l'huile si elle est sale et tester la pression.

Vérifier que toute la surface du bouchon rodé de la chambre acrylique est uniformément enduite de graisse à vide.

Pour tester les chambres acryliques à 8 connexions pour robinets de caoutchouc, retirer les robinets et fermer les raccords avec des bouchons en caoutchouc. Raccorder un robinet après l'autre et les tester sous vide pour vérifier leur étanchéité.

Vérifier que le capteur de vide n'est pas encrassé par exemple par des résidus d'eau.

La capteur de vide a une durée de vie limitée du fait de sa conception. Des capteurs sont disponibles en pièces détachées (référence 125479).

Contrôler l'affichage du vide à l'aide d'un testeur (si disponible).

Pour localiser une fuite éventuelle, nous recommandons de connecter le capteur de vide directement sur l'aspiration de la pompe à vide. Pour cela, retirer le capteur et le connecter directement sur l'aspiration de la pompe à vide. Si la pompe à vide chaude atteint une pression finale de 0,011 mbar, la pompe à vide et le système de mesure sont en bon état. Il y a probablement une fuite dans l'appareil si le vide insuffisant n'est pas dû à une température insuffisante du condenseur

La pompe à vide ne se met pas en marche :

La pompe à vide est équipée d'un disjoncteur de sécurité pour le moteur.

(Se reporter au manuel d'instructions de la pompe à vide.)

Information générale :

Vérifier le vide lorsque le condenseur est à basse température.

7.3 L'appareil ne fonctionne pas

Si la réfrigération ne marche pas et que la température et le vide ne s'affichent pas après avoir mis l'appareil sous tension, vérifier les points suivants :

– Le cordon d'alimentation est-il branché?

– Vérifier les fusibles F1 et F2 (tiroir dans la fiche d'alimentation à l'arrière de l'appareil).

7.4 Température du condenseur insuffisante

Le compresseur de réfrigération est équipé d'une protection thermique du moteur. Le système de protection est activé et le compresseur est coupé en cas de températures ambiantes excessives ou de surcharge.

Lorsque les conditions de fonctionnement sont à nouveau rétablies (après quelques minutes), le compresseur de réfrigération se remet automatiquement en marche par l'intermédiaire du disjoncteur de protection du moteur.

La température minimale du condenseur d'environ -54°C est atteinte si le condenseur n'est pas chargé et si le piège est mis sous vide. Une circulation d'air suffisante est nécessaire.

M A R T I N   C H R I S T

Gefriertrocknungsanlagen GmbH

Explications relatives aux dessins techniques suivants ALPHA 1-4 LD et ALPHA 2-4 LD

« Système de réfrigération **ALPHA 1-4 LD/LSC** » Dessin No. 170131
« Système de réfrigération **ALPHA 2-4 LD/LSC** » Dessin No. 170132

No.:	**Description:**
004	Interrupteur à surpression du compresseur de réfrigération 1
005	Compresseur (compresseur de réfrigération 1)
007	Ventilateur du compresseur de réfrigération
008	Condenseur du compresseur de réfrigération
010	Collecteur/Séchoir
013	Echangeur thermique r
014	Tube capillaire
019	Vanne Schrader (coté aspiration du compresseur de réfrigération 1)
020	Vanne Schrader
023	Interrupteur à surpression du compresseur de réfrigération 2
024	Compresseur (compresseur de réfrigération 2)
033	Tube capillaire condensateur à glace
038	Vanne Schrader (coté aspiration du compresseur de réfrigération 1)
039	Vanne Schrader
071	Chambre du condensateur à glace
072	Condensateur à glace
080	Vanne de condensat de dégivrage
083	Vanne de lest d'air (intégrée dans la pompe à vide)
089	Raccord pour la pompe à vide
090	Raccord pour l'eau de dégivrage
095	Relais temporisé du compresseur de réfrigération (niveau 2)
097	Alimentation par le secteur 230 V 50 Hz
099	Connexion PE externe
150	Commutateur d'alimentation
151	Système de contrôle **LD-2**
160	Fusible principal 230 V 10 A

Déclaration de décontamination

de lyophilisateurs, concentrateurs sous vide, centrifugeuses et pompes à vide.

Cette déclaration doit être remplie uniquement par une personne habilitée.

Demande de réparation : ____________________

Commande No. : ____________________

Type d'appareil : ____________________ No. de série : __________

Type d'appareil : ____________________ No. de série : __________

Type d'appareil : ____________________ No. de série : __________

Type d'appareil : ____________________ No. de série : __________

Accessoires : ____________________

____

L'équipement est-il exempt de substances dangereuses? OUI **O** NON **O**

Si non, quelle substance a été en contact avec l'équipement?

Nom des substances : __________

____

Remarques (par exemple, ne toucher qu'avec des gants) : ____________________

Caractéristiques générales des substances :

Corrosive	**O**	Explosive	**O**
Risque biologique	**O**	Radioactive	**O**
Toxique	**O**		

Quelle combinaison de substances peut-elle entraîner la formation de matières dangereuses?
Nom des substances : __________

____

Cet équipement a-t-il été nettoyé avant expédition? OUI **O** NON **O**

Cet équipement a-t-il été décontaminé pour ne plus présenter de risque sanitaire? OUI **O** NON **O**

Avant réparation, les composants contaminés par de la radioactivité doivent être décontaminés suivant les réglementations en cours de protection contre les radiations.

Déclaration d'engagement légal

Je soussigné déclare par la présente que les informations contenues dans cette déclaration sont correctes et complètes.

Entreprise / Institution : __________

Rue : __________

Code postal, commune : __________

Tél. : __________ FAX : __________

Nom : __________

Date : ____________________ Cachet :

Signature : ____________________ __________

Déclaration de retour

Les déclarations suivantes sont destinées à la santé et à la sécurité de nos employés. Remplir les formulaires et les joindre en cas de retour de lyophilisateurs, centrifugeuses, pièces détachées et accessoires. Nous regrettons de ne pouvoir effectuer aucune intervention avant d'avoir obtenu cette déclaration (nous conseillons de faire plusieurs copies de cette page).

!!!! IMPORTANT – Coller ce formulaire sur l'extérieur de l'emballage !!!!

Déclaration de retour

	OUI	NON
Déclaration de décontamination à l'intérieur :		
Appareil / composant contaminé :		
Appareil / composant non utilisé (neuf) :		

!!!! IMPORTANT – Coller ce formulaire sur l'extérieur de l'emballage !!!!